

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 03/13795

28.10.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

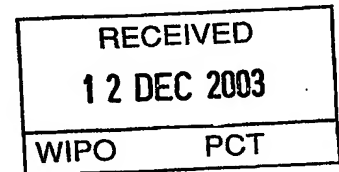
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年10月28日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-313101

[ST. 10/C]: [JP 2002-313101]

出 願 人
Applicant(s): 株式会社カーボン・ナノテク・リサーチ・インスティテュー
ト



BEST AVAILABLE COPY

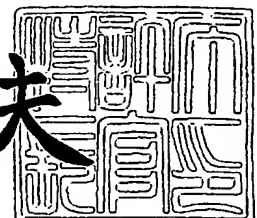
PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

BEST AVAILABLE COPY

2003年11月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 ZP0107

【提出日】 平成14年10月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 9/12

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町一丁目2番1号 三井物産株式会社
社内

【氏名】 西村 邦夫

【特許出願人】

【識別番号】 302028432

【氏名又は名称】 株式会社カーボン・ナノテク・リサーチ・インスティテュート

【代理人】

【識別番号】 100112335

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤本 英介

【選任した代理人】

【識別番号】 100101144

【弁理士】

【氏名又は名称】 神田 正義

【選任した代理人】

【識別番号】 100101694

【弁理士】

【氏名又は名称】 宮尾 明茂

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 077828

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0206734

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 微細な炭素繊維の粉体熱処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 微細な炭素繊維を、特定の容器に充填あるいは圧密成型せずに、該炭素繊維生成の反応炉から取り出された粉体のままで不活性ガス雰囲気または水素ガス雰囲気下で 800℃以上の温度で加熱炉で加熱処理することを特徴とする粉体熱処理方法。

【請求項 2】 上記加熱炉内処理を、1) 800～1500℃の温度で該微細な繊維に付着している揮発成分を気化させ、2) 1300～3000℃の温度で炭化させる 2 段階の熱処理を行なうことを特徴とする請求項 1 記載の粉体熱処理方法。

【請求項 3】 加熱炉部分が、炉内の微細な炭素繊維押し込み板または攪拌装置で仕切られて、これらの板又は装置で仕切られたコンパートメントのうち繊維供給口に近い部分に雰囲気ガス抜き出し管を設け、該繊維の出口に近い部分にガス供給口を設けることを特徴とする粉体熱処理装置。

【請求項 4】 少なくとも加熱炉部分、微細な炭素繊維の供給装置、雰囲気ガス供給装置、粉体の流れ制御装置、微細な炭素繊維回収装置、排ガス中の同伴成分のトラップ装置が設置されることを特徴とする請求項 3 記載の粉体熱処理装置。

【請求項 5】 上記加熱炉が、鉛直から水平までの任意の一定角度を持つ、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉であり、該微細な炭素繊維の押し込み装置及び炉の閉止板を供えた往復駆動式で、該炉内に加熱部分を有する加熱炉を備えることを特徴とする請求項 3 又は請求項 4 記載の粉体熱処理装置。

【請求項 6】 上記加熱炉が、水平面から 0 度以上ないし鉛直の角度を持つ縦型炉で、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉内の内側に回転部分及び／又は往復運動部分を持ち、炉の内側に加熱部分を備えた炉であって、微細な炭素繊維は該炉内を重力で落下することによって連続的に移動すること特徴とする請求項 3 又は請求項 4 記載の粉体熱処理装置。

【請求項 7】 上記加熱炉が、水平又はほぼ水平に設置された横型炉で、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉内の内壁を完全に塞がない板状の押し込み板が、炉の中心を通るように設置された駆動軸に複数設置され、該駆動軸は回転運動及び水平方向に往復運動をおこなって粉体の流れを制御し、内側に加熱部分を備えた炉であって、該繊維が半回分式又は連続式に移動することを特徴とする請求項 3 又は請求項 4 記載の粉体熱処理装置。

【請求項 8】 熱処理をする微細な炭素繊維の平均直径が、 $1\ \mu\text{m}$ 以下 $0.5\ \text{nm}$ 以上であり、見かけ密度が $0.1\ \text{g}/\text{cm}^3$ 以下であることを特徴とする微細な炭素繊維である請求項 3 ないし請求項 7 記載のいずれかに記載の粉体熱処理装置。

【請求項 9】 熱処理をする微細な炭素繊維において、繊維の平均直径が、 $1\ \mu\text{m}$ 以下 $0.5\ \text{nm}$ 以上であり、見かけ密度が $0.1\ \text{g}/\text{cm}^3$ 以下である単層カーボンナノチューブ及び/又は多層カーボンナノチューブである請求項 8 記載の粉体熱処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、優れた電子放出能、水素吸蔵能、導電性、熱伝導性等の特性を有し、 Li イオン電池をはじめとする各種 2 次電池、燃料電池、FED、超伝導デバイス、半導体、導電性複合材等に用いられる微細な炭素繊維材料の製造法及び製造装置、さらに詳しくは、非酸化性雰囲気下で CVD 法で製造した気相法炭素繊維や、単層及び多層カーボンナノチューブ、又は該カーボンナノチューブの混合物を、要求される品質を備えた製品にするための熱処理法及び熱処理装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

CVD 法で製造した気相法炭素繊維やカーボンナノチューブは、反応炉から取り出した、いわゆる As Grown の製品には、しばしば揮発性のタール分として未反応の有機化合物や重合物が多く含まれている。これらの未反応の有機化合物や重

合物が表面に吸着したAs Grownの該炭素繊維やナノチューブは複合材料化するとき、処理過程でトラブルの原因になるだけでなく、結晶性も悪いため、揮発成分を除き結晶性を改善するためには熱処理が必要であることが公知となっている。そして、この低沸点や高沸点の炭素成分であるタール分を揮発させ、該繊維やナノチューブを確実に炭化・結晶化するために、2段階の熱処理をすることが知られており、例えば、予め1500℃以下の温度で該揮発成分を焼成し、その後2000～3000℃で炭化・結晶化の熱処理を行なう2段階処理法が行われている。これらの方法は、繊維またはナノチューブを坩堝やボート等の容器に充填するか、圧密成型してから回分式で熱処理される（特許文献1～9）。

【0003】

気相法炭素繊維及びカーボンナノチューブは、嵩密度(Bulk Density)が 0.1 g/cm^3 以下と極めて小さいので、これを大量に熱処理するには極めて大きな容量の熱処理装置が必要となる。したがって、実際に工業化しようとする、設備やエネルギーのコストが膨大になる。そこで、工業的に遂行可能なプロセスを実現するには、嵩密度を大きくして設備をコンパクトにする必要があり、そのために該繊維又はナノチューブを容器に充填するか、圧密成型して熱処理する方法がとられている。しかし、これらの方法は以下のような問題点がある。

【0004】

A) 容器に充填する方法の問題点

- 1) 容器は黒鉛の坩堝となり、大量に処理するには大容量の黒鉛坩堝が要求され、コストが大きくなる。
- 2) 容器に入れる時に圧力を加えなければ充填量が極めて小さく、効率が悪い。
- 3) 坩堝を使用する場合、圧力を加えても、嵩密度は高々 0.15 g/cm^3 以下であり、容器重量に対して、製品重量が極めて小さい。
- 4) したがって、使用されるエネルギーの大半は容器の加熱に消費される。
- 5) 充填装置も大掛かりなものとなり、装置費用がかかる。
- 6) 設備費用及び運転費用を勘案すると商業的にコストの高い製品となる。

【0005】

B) 圧密成型法の問題点

- 1) 圧密成型を行なっても成型体の密度は 0.15 g/cm^3 以上には大きくできない。
- 2) 圧縮成型しても加えた圧力を開放すると、繊維の弾性により体積が膨張する。
- 3) 粉体圧縮操作のため、繊維集合体の中まで均一な圧力を加えることが難しく、成型が容易でない。
- 4) 成型体の密度が低く、弾性膨張するので成型体の強度が操作上十分でない。
したがって、製造工程で成型体の崩壊や粉体の発生が起こりやすく、工程上のトラブルとなる。

しかし、これまでに反応炉から排出された粉体のままで連続的又は回分式で熱処理される方法の報告は無い。

【0006】

【特許文献1】

特開昭60-021911号公報

【特許文献2】

特開昭62-133120号公報

【特許文献3】

特開昭62-191515号公報

【特許文献4】

特開平02-006624号公報

【特許文献5】

特開平06-101118号公報

【0007】

【特許文献6】

特開平06-212517号公報

【特許文献7】

特開平10-025626号公報

【特許文献8】

特開平10-312809号公報

【特許文献9】

特開 2000-208145 号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

上記のように、容器に充填する方法や圧密成型する方法では、装置の複雑化、それに伴う装置コストと製造コストの増加により商業的に効率の良い熱処理は難しい。本発明は、微細な炭素繊維を大量に安価に熱処理し、結晶化を進める方法及び装置を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明で微細な炭素繊維とは、気相法炭素繊維（V G C F）、カーボンナノチューブ、カーボンナノコーン、カーボンナノコイル及びリボン状カーボンファイバー等の微細な繊維状の炭素材料をいう。

気相法炭素繊維及びカーボンナノチューブ等炭素系繊維材料の特性は、その結晶性と深い関係がある。本発明者は、鋭意研究の結果、気相法炭素繊維やカーボンナノチューブ等は熱伝導性が良いだけでなく、極めて短時間で結晶性が向上することを見出し、粉体のまま熱処理するほうが、はるかに効率的に結晶化が可能であることが判り、本発明を完成した。

本発明は、これらの物質が極めて熱伝導性の良いことに着目し、反応炉から排出された粉体のまま直接熱処理して、結晶する方法及びそのための装置である。

【0010】

本発明の特徴は、

- 1) 微細な炭素繊維を、特定の容器に充填あるいは圧密成型せずに、粉体のまま加熱炉に充填して熱処理を行なう方法で、気相法炭素繊維及びカーボンナノチューブ等を反応炉から取り出した粉体のまま不活性ガス雰囲気または水素ガス雰囲気下で、800℃以上の温度で加熱する粉体熱処理方法及びその装置である。
- 2) 炉内処理温度は800℃以上で、好ましくは①800～1500℃の温度で微細な炭素繊維に付着している揮発成分を気化させる一段階の熱処理と、その後に②さらに1300～3000℃で炭化させる、2段階の熱処理を行なう。このとき炉内は単一の加熱部分でも2分割の加熱部分にしても良い。

【0011】

3) 熱処理時の雰囲気ガスはアルゴン、ヘリウム、キセノン等の不活性ガスまたは水素を用い、不活性又は還元雰囲気下で熱処理する。部分的には hidrocarbon ガスを添加することも可能である。雰囲気ガスはどの方向に流しても良いが、好ましくは該微細な炭素繊維を加熱炉内から取り出す出口側より供給し、実質的に該繊維とは交流の方向に流す。

4) 加熱炉内は押し込み板、又は攪拌装置で仕切られていて、これらの板又は装置で仕切られた各コンパートメントで最も原料供給側にある部分の原料投入口近傍のできる限り高温の部分、好ましくは 1500℃ 以上の部位にガス抜き出し管を設ける。さらにガス抜き出し部には排ガス中の触媒成分等の同伴成分のトラップ及びタール等処理する排ガス処理装置を設ける。

5) 上記粉体熱処理装置加熱炉には、少なくとも微細炭素繊維の供給装置、雰囲気ガス供給装置、繊維回収装置、粉体の流れ制御装置、排ガス中の同伴成分のトラップが設置される。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明は、回分式、連続式、半回分及び／または連続式の 3 種類のいずれかの方法で実施できる。

【0013】

回分式の粉体熱処理装置は、鉛直から水平までの任意の一定角度を持つ、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉であり、微細炭素繊維の押し込み装置及び炉の閉止板を供えた往復駆動式で、該炉内に加熱部分を有する加熱炉を備える粉体熱処理装置である。下部に粉体の未加熱部の短絡を防ぐための保持版と、炉の上部に粉体の圧縮及び／又はかきとり機能を有する押し込み板を有することを特徴とする。この押し込み板と保持板を交互又は一定のタイムスケジュールにしたがって駆動させ、上部から投入された粉体を回分式に加熱処理する。

【0014】

連続式の粉体熱処理装置は、水平面から 0 度より大きい、最大で鉛直の粉体が

重力で落下できるのに十分な角度を持つ縦型炉で、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉内の内側に回転部分及び／又は往復運動部分を持ち、炉の内側に加熱部分を備えた炉であって、微細な炭素繊維が該炉内を重力で落下することによって連続的に移動する粉体熱処理装置である。

加熱炉の中心には攪拌用の攪拌羽根を持つ軸を設置する。攪拌羽根は板状や曲面状、スクリー状の攪拌羽根であって、粉体の滞留の制御と攪拌をできる構造のものであれば何でも良く、一定のピッチで、軸に対して一定の角度を付けて取り付けることもできる。さらに軸を上下運動又は回転振動させる構造にすることもできる。これによって粉体の滞留時間を調節すると同時に、粉体と炉内壁面を接触させて伝熱効率を上げる。処理温度が2000℃以上の場合にはこれらの機械部分の材質を黒鉛材料にすることが望ましい。炉心管は円筒状が望ましいが、付着を防止するために、下部ほど径の大きくなるコーン状にすることがより好ましい。また、炉心管の口径は最大口径部分が少なくとも100mmφ以上、1000mmφ以下が好ましい。

【0015】

半回文及び／又は連続式の粉体熱処理装置は、水平またはほぼ水平に設置された横型炉で、断面の形状が円形、楕円形、多角形又は矩形である管状の炉で、炉内の内壁を完全に塞がない押し込み板が、炉の中心を通るように設置された駆動軸に複数設置され、該駆動軸は回転運動及び水平方向に往復運動をする、内側に加熱部分を備えた炉であって、微細炭素繊維が半回分式又は連続式に移動する粉体熱処理装置である。原料投入装置から粉体を連続又は回分式に投入して、平板又は曲板の押し込み板を取り付けた回転及び往復可能な駆動軸を回転・往復を繰り返すことにより、連続的及び／又は回文式に粉体を押し込み移動させ、下流の下部から処理した炭素繊維を取り出していく装置である。該押し込み板は板状や曲面状であって、粉体の滞留の制御をできる構造のものであれば何でも良く、一定のピッチで、一定の角度をつけて取り付けることもできる。さらに軸を平行振動又は回転振動させる構造にすることもできる。これによって粉体の滞留時間を調節すると同時に、粉体と炉内壁面を接触させて伝熱効率を上げる。処理温度が2000℃以上の場合にはこれらの機械部分の材質を黒鉛材料にすることが望まし

い。

【0016】

加熱炉の加熱手段は目標温度に適した方法を選択すればよく、抵抗加熱、高周波過熱等の方法をとることができる。2000℃以上の場合には高周波加熱が好ましい。材質は加熱方法に適したものを選択すればよく、高周波加熱の場合には黒鉛材が好ましい。

【0017】

【実施例】

次に、実施例により本発明をさらに詳しく説明するが、本発明は下記の実施例に何ら限定されるものではない。

【0018】

実施例1

回分式装置

図1に示す装置により実施した。

炉内径の直径が200mmφの縦型回分式加熱炉で、上部に熱処理するAs Grownの微細な炭素繊維の投入装置(7)及び該材料を押し込み、かつ掻きだすための押し込み板(1)の上下駆動機構(9)が装備されている。加熱部の上部に排ガスの放出口がある。下部には熱処理後の該微細な炭素繊維の回収タンク(8)、熱処理された炭素繊維の排出板(5)とその駆動機構(10)、未処理の炭素材料の漏れを防ぐための保持板(4)とその駆動装置(11)からなる回収機構が設置される。該保持板は均熱部の末端aの位置と、掻きだす操作ができるようなbの位置の間を交互に反復運動する。雰囲気調整用の不活性ガスは下部の保持板収納部分から導入し、加熱部の上部からは放出口から排出される。

【0019】

運転手順

図1により手順を説明する。

雰囲気ガスを流す。

押し込み板を上端まで上げる。

保持板をaの位置に上げ、未処理の炭素原料(as Grown)の漏れを抑える。

微細炭素繊維原料を導入する。

押し込み板を数回上下させながら均一にした後、押し込み板を c の位置まで下降させて該炭素繊維を圧縮する。

一定時間の間その位置で駆動を止めて均熱になるまで加熱する。

熱処理が完了したら保持板を b の位置まで下げる。

押し込み板を押し込みながら a の位置まで下げる。

処理済の該炭素繊維を排出板で排出する。

排出板を初期位置まで戻す。

押し込み板を上端まで上げる。

保持板を a の位置に上げる。

上記サイクルを繰り返す。

【 0 0 2 0 】

操作条件及び結果

加熱炉温度：2 8 0 0℃、均熱部長さ：6 0 0 mm

アルゴンガス流量：1 0 L / m i n

原料：カーボンナノチューブ(As Grown) 送り量：1 k g / 回

加熱時間：5 m i n

原料 d₀₀₂(層間隔) = 0 . 3 6 9 n m

2 8 0 0℃処理後 d₀₀₂ = 0 . 3 3 9 n m

【 0 0 2 1 】

実施例 2

連続式装置

図 2 に示す装置を使用して実施した。

炉内径の直径が 2 0 0 mm φ の縦型連続式加熱炉で、上部に熱処理する As Grown の微細な炭素繊維の投入装置、排ガス放出口が装備されていて、装置下部から導入された雰囲気ガスが放出される。下部は熱処理後の該炭素繊維の回収タンク (28)、熱処理された炭素材料の排出板 (26) と駆動機構 (27) からなる回収装置があり、また炉の中心を通る軸 (24) に保持板 (23) を取り付けた攪拌及び流れ制御装置がある。該保持板はそれぞれが 1 / 4 づつ切り欠いた円板であり、切り欠き部

分を90度づつずらして4枚とりつけてある。

【0022】

運転手順

図2により手順を説明する。

雰囲気ガスを流す。

炉の加熱を開始する。

攪拌／流れ制御装置の回転を開始する。

微細な炭素繊維原料を導入する。

攪拌／流れ制御装置を回転させて導入された炭素繊維原料を次々に下に流しながら加熱する。

加熱処理された炭素繊維が回収タンクに溜まる。

規定量溜まったところで排出板を動かし、処理済の炭素繊維を炉外に排出する。

すなわち、排出操作は間歇的に行うことになる。

【0023】

操作条件及び結果

加熱炉温度：2800℃、均熱部長さ：600mm

アルゴンガス流量：10L/min

原料：カーボンナノチューブ(As Grown) 送り量：1Kg/5min

原料 $d_{002} = 0.368\text{ nm}$

2800℃処理後 $d_{002} = 0.338\text{ nm}$

【0024】

実施例3

半回分/連続式装置

図3に示す装置を使用して実施した。

炉内径の直径が200mmφの横型回分式加熱炉で、炉の長さ方向に設けた可動軸(34)に押し込み板(33)を取り付ける。この押し込み板は半径方向に欠きとり部分を有し、完全に流路を塞がない構造を持つ。本実施例では図3に示すように円盤を切り取った構造とした。押し込み板の枚数は押し込み距離に合わせて設定すればよく、本実施例はa, b, c, d, eの5枚とした。さらに押し込み板は

可動軸に固定するが、固定方向は各板の欠きとり部分が軸に沿って見たとき重なるように設定した。この可動軸は黒鉛材料とした。軸方向の各々の押し込み板の位置は、均等に配置しても良いし、不均一でも良い。均熱部分外部の部分は間隔を変えても良い。本実施例では均等間隔に配置した。押し込み板の駆動方向は軸に沿って一定距離を往復する運動と、軸を180度ずつのステップ運動で回転又は往復転動する方向である。

【0025】

運転手順

図3により手順を説明する。

雰囲気ガスを流し、炉を加熱する。

運転開始時には押し込み板を押し込み部分を下にしてaをAの位置に置く。このときeの板は加熱部の末端Eにある。

原料カーボンナノチューブ(As Grown)をaとbの間に供給する。

一定量該原料を供給したら押し込み板aをBの位置まで押し込む。この時5枚の板が同時に動きeの板はFの位置にくる。

この位置で180度転動（板が半転して上下が入れ替わる）させ、板の位置を上下入れ替える。

押し込み板をaをBからAの位置まで引き戻す。原料はbとcの間にある。

この位置で押し込み板を半転する。

原料をaとbの間に供給する。

一定量該原料を供給したら押し込み板aをBの位置まで押し込む。

この位置で押し込み板を半転する。

押し込み板aをBからAの位置まで引き戻す。原料はbとcの間とcとdの間にある。

この位置で押し込み板を半転する。

【0026】

原料をaとbの間に供給する。

一定量該原料を供給したら押し込み板aをBの位置まで押し込む。

この位置で押し込み板を半転する。

押し込み板 a を B から A の位置まで引き戻す。原料は b と c の間、c と d の間及び d と e の間にある。

この位置で押し込み板を半転する。

原料を a と b の間に供給する。

一定量該原料を供給したら押し込み板 a を B の位置まで押し込む。

この時 d と e の間にあったナノチューブは熱処理が終わり、E と F の間に移るのでここから回収装置に移る。

この操作を繰り返すことによって、投入口から投入された原料炭素材は順次熱処理されながら下流方向に押し込まれて、末端から排出される。

【0027】

操作条件及び結果

加熱炉温度：2800℃、均熱長さ：600mm

アルゴンガス流量：10L/min

原料：カーボンナノチューブ(As Grown) 送り量：1Kg/5min

原料 $d_{002} = 0.370\text{nm}$

2800℃処理後 $d_{002} = 0.337\text{nm}$

【0028】

【発明の効果】

従来の熱処理法に比較して、坩堝又は圧密充填による成型装置を必要としないため装置コストが格段に安くなる。さらに坩堝の加熱エネルギーもかからず、運転コスト低減に大きな期待ができる。そのうえ、装置が単純化され、トラブルが少なくなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

実施例1で使用した回分式の熱処理装置の概略図である。

【図2】

実施例2で使用した連続式の熱処理装置の概略図である。

【図3】

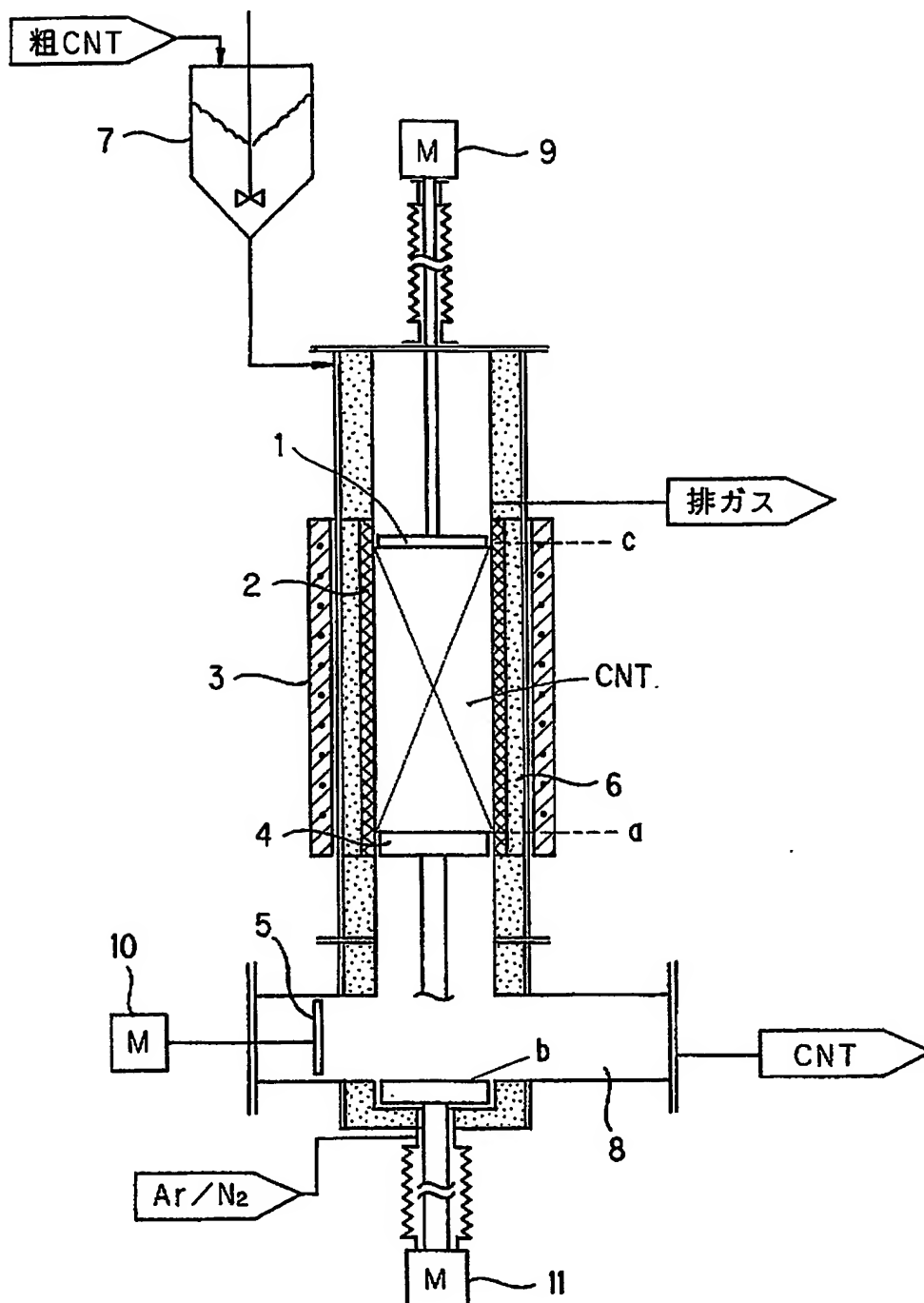
実施例3で使用した半回分／連続式の熱処理装置の概略図である。

【符号の説明】

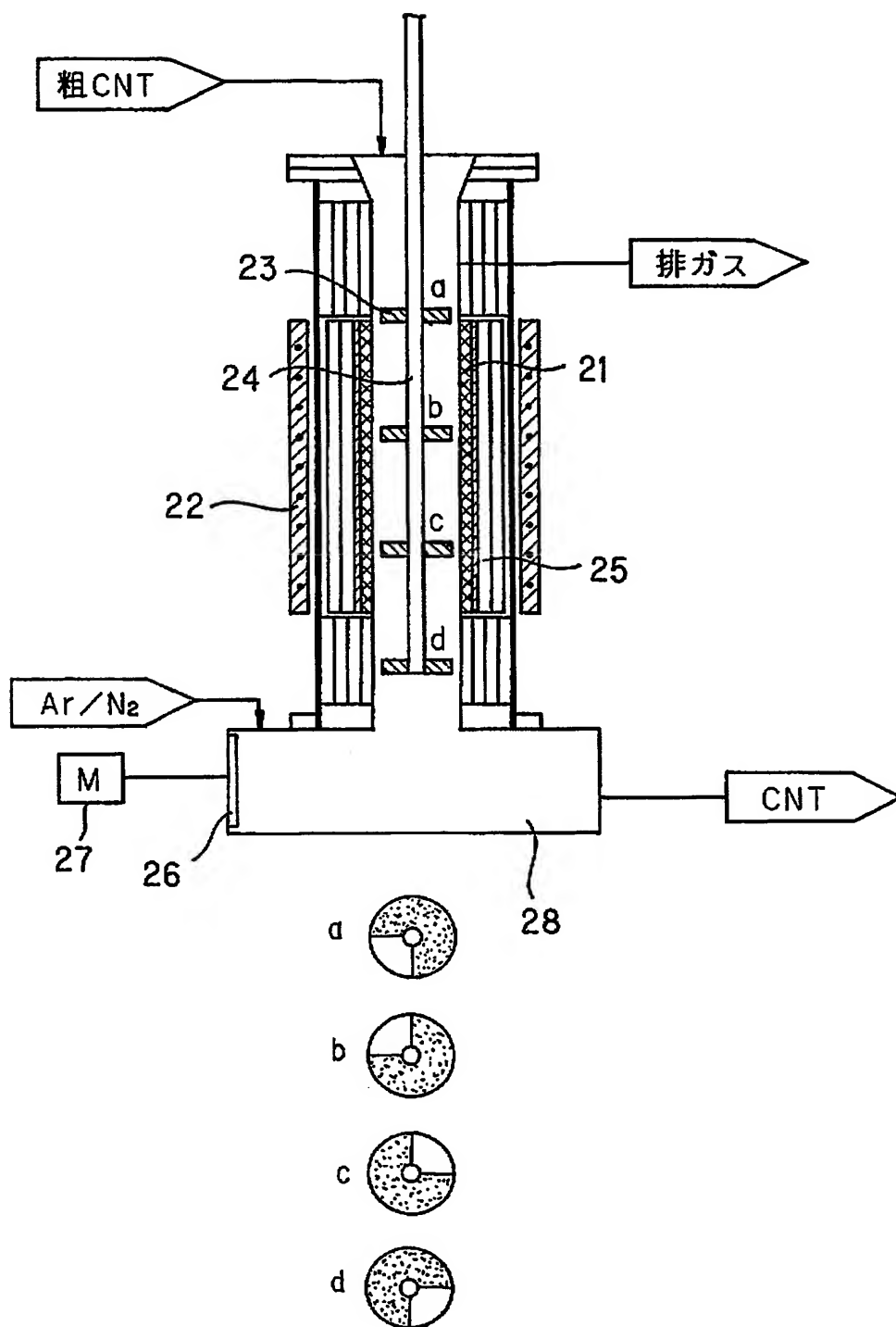
- 1 押し込み板
- 2 ヒーター
- 3 高周波発振コイル
- 4 保持板
- 5 C N T 排出板
- 6 断熱材
- 7 原料投入装置
- 8 製品回収タンク
- 9 押し込み板駆動装置
- 1 0 排出板駆動装置
- 1 1 保持板駆動装置
- 2 1 ヒーター
- 2 2 高周波発振コイル
- 2 3 保持板
- 2 4 中心軸
- 2 5 断熱材
- 2 6 C N T 排出板
- 2 7 排出板駆動装置
- 2 8 製品回収タンク
- 3 1 ヒーター
- 3 2 断熱材
- 3 3 押し込み板
- 3 4 中心軸
- 3 5 押し込み板駆動装置
- 3 6 原料投入装置
- 3 7 製品回収タンク

【書類名】 図面

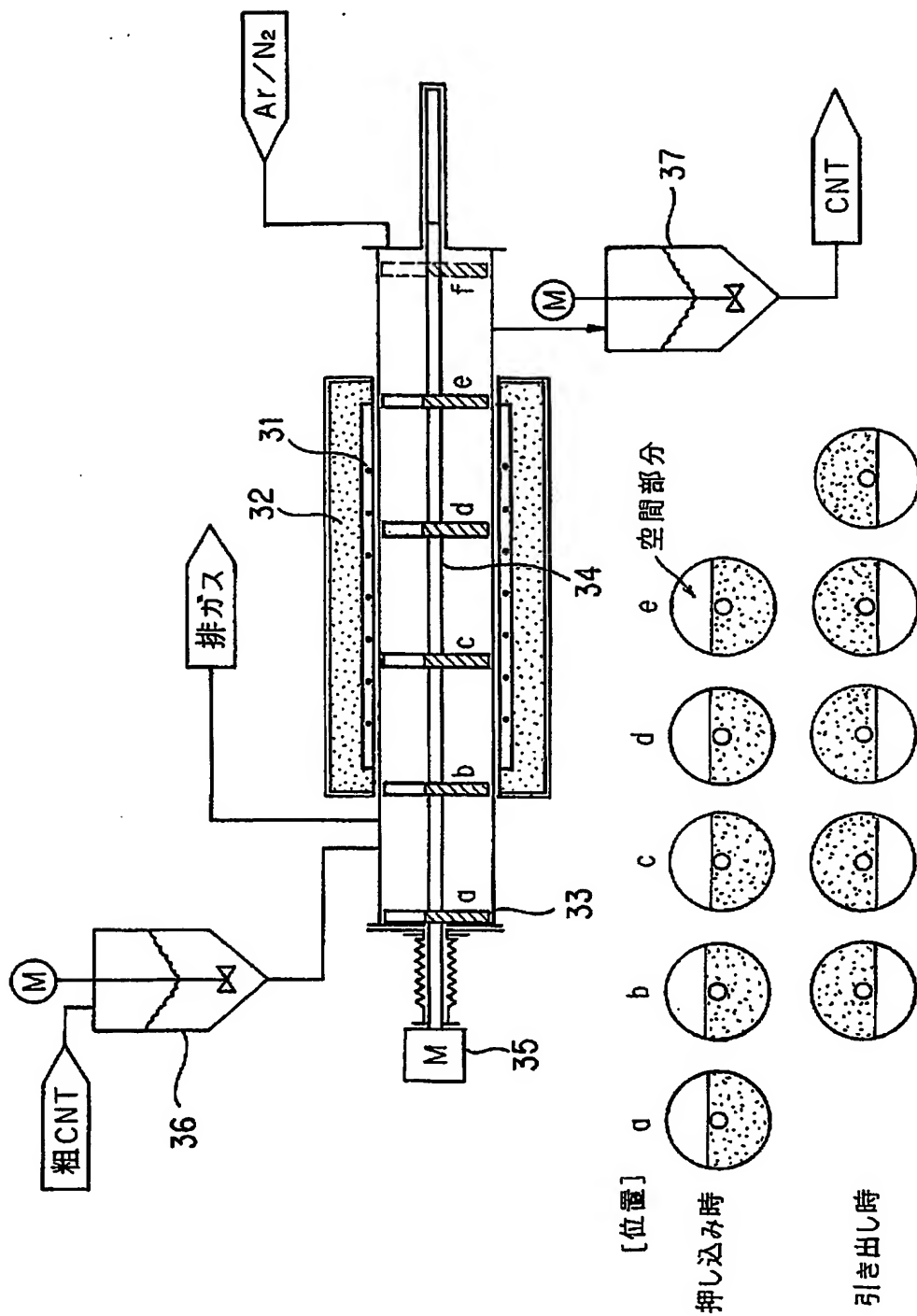
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 微細な炭素繊維を大量に安価に熱処理し、結晶化を進める方法及び装置を提供する。

【解決手段】 微細な炭素繊維を特定の容器に充填あるいは圧密成型せずに、該炭素繊維生成の反応炉から取り出された粉体のままで不活性ガス雰囲気または水素ガス雰囲気下で800℃以上の温度で加熱炉で加熱して、繊維に付着している揮発成分を気化させ、さらに高い温度で炭化させる粉体熱処理方法、及び加熱炉部分が、炉内の微細な炭素繊維押し込み板または攪拌装置で仕切られて、これらの板又は装置で仕切られたコンパートメントのうち繊維供給口に近い部分に雰囲気ガス抜き出し管を設け、該繊維の出口に近い部分にガス供給口を設けた粉体熱処理装置。

【選択図】 図1

特願 2 0 0 2 - 3 1 3 1 0 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [3 0 2 0 2 8 4 3 2]

1. 変更年月日 2 0 0 3 年 6 月 9 日
[変更理由] 識別番号の二重登録による抹消
[統合先識別番号] 5 0 2 2 0 5 1 4 5
住 所 東京都千代田区大手町一丁目 2 番 1 号
氏 名 株式会社カーボン・ナノテク・リサーチ・インスティテュート

特願 2 0 0 2 - 3 1 3 1 0 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 2 2 0 5 1 4 5]

1. 変更年月日 2 0 0 3 年 6 月 9 日

[変更理由] 識別番号の二重登録による統合

[統合元識別番号] 3 0 2 0 2 8 4 3 2

住 所 東京都千代田区大手町1丁目2番1号

氏 名 株式会社カーボン・ナノテク・リサーチ・インスティテュート

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.